



Internationale Büro INTERNATIONALE ANMELDUNG VERÖFFENTLICHT NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT)

(51) Internationale Patentklassifikation 5:

PCT

D01F 2/00, D01D 5/06, 5/088 C08J 5/18 // C08L 1:02

(11) Internationale Veröffentlichungsnummer: WO 93/19230

A1 (43) Internationales

Veröffentlichungsdatum:

224, A-1081 Wien (AT).

30. September 1993 (30.09.93)

(21) Internationales Aktenzeichen:

PCT/AT93/00053

(22) Internationales Anmeldedatum:

17. März 1993 (17.03.93)

(30) Prioritätsdaten:

A 537/92

17. März 1992 (17.03.92) AT (81) Bestimmungsstaaten: AU, BG, BR, CA, CZ, HU, JP, KR, KZ, LK, PL, RO, RU, SK, UA, US, europäisches Patent (AT, BE, CH, DE, DK, ES, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE).

(74) Anwalt: SCHWARZ, Albin; Albertgasse 10/8, Postfach

(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten ausser US): LEN-ZING AKTIENGESELLSCHAFT [AT/AT]; Werkstra-

Be 1, A-4860 Lenzing (AT).

(72) Erfinder; und

(72) Erfinder; und
(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): ZIKELI, Stefan [AT/AT];
Schacha 14, A-4844 Regau (AT). RAUCH, Ernst [AT/AT]; Halbmoos 17/Aurach, A-4861 Schörfling (AT).
KOBERGER, Hermann [AT/AT]; Rohrwies 2, A-4871
Zipf (AT). ECKER, Friedrich [AT/AT]; St. Annastraße 10, A-4850 Timelkam (AT). RÜF, Hartmut [AT/AT]; Pilgrimstraße 6, A-4840 Vöcklabruck (AT). JURKOVIC, Raimund [AT/AT]; Hauptstraße 27, A-4860 Lenzing (AT). SCHWENNINGER, Franz [AT/AT]; Erlenweg 20. A-4860 Lenzing (AT). 20, A-4860 Lenzing (AT).

Veröffentlicht

Mit internationalem Recherchenbericht. Vor Ablauf der für Änderungen der Ansprüche zugelassenen Frist. Veröffentlichung wird wiederholt falls Änderungen eintreffen.

(54) Title: PROCESS FOR MANUFACTURING CELLULOSE MOULDED BODIES AND A DEVICE FOR CARRYING IT OUT

(54) Bezeichnung: VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG CELLULOSISCHER FORMKÖRPER SOWIE VORRICHTUNG ZUR DURCHFÜHRUNG DES VERFAHRENS

(57) Abstract

In order to produce a cellulose moulded body, a solution of cellulose in a tertiary amine oxide is moulded in the warm state and the solution thus moulded is fed into a precipitation bath after coding to precipitate the cellulose contained therein. Coding takes place immediately after moulding and is done preferably by blowing air horizontally onto the cellulose moulded body. The process according to this invention facilitates spinning of the cellulose solution with a high yarn density while preventing jamming of the spun yarns when leaving the spinning nozzle. It also allows, despite the high yarn density, a large air gap to be left between the spinning nozzle and the precipitating bath, which leaves adequate time to modify the textile characteristics of the yarns by drawing them as they leave the spinning nozzle.

(57) Zusammenfassung

Zur Herstellung cellulosischer Formkörper wird eine Lösung von Cellulose in einem tertiären Aminoxid in warmem Zustand geformt und die geformte Lösung in ein Fällbad eingebracht, um die enthaltene Cellulose zu fällen, wobei die warme, geformte Lösung vor dem Einbringen in das Fällbad abgekühlt wird. Die Kühlung wird unmittelbar nach dem Formen vorgenommen und besteht vorzugsweise in einem horizontalen Anblasen des cellulosischen Formkörpers mit

Luft. Das erfindungsgemäße Verfahren erlaubt ein Verspinnen der Celluloselösung mit hoher Fadendichte, ohne daß es zu einem Verkleben der Spinnfäden nach Austritt aus der Spinndüse kommt. Es erlaubt weiters trotz hoher Fadendichte das Einstellen einer langen Luftstrecke zwischen Spinndüse und Fällbad, wodurch im Spinnverfahren genügend Zeit geschaffen wird um die textilen Daten der Fasern durch Düsenverzug zu beinflussen.

LEDIGLICH ZUR INFORMATION

Code, die zur Identifizierung von PCT-Vertragsstaaten auf den Kopfbögen der Schriften, die internationale Anmeldungen gemäss dem PCT veröffentlichen.

AT	Österreich			MR	Mauritanien
ΑU	Australien	FR	Frankreich	MW	Malawi
BB	Barbados	GA	Gabon	NL.	Niederlande
BE	Belgien	GB	Vereinigtes Königreich	NO	Norwegen
BF	Burkina Faso	GN	Guinea	NZ	Neusceland
BG	Bulgarien	GR	Griechenland	PL	Polen
BJ	Benin	HU	Ungarn	PT	Portugal
BR	Brasilien	1E	Irland	RO	Rumänien
CA	Kanada	IT	Italien	RU	Russische Föderation
CF	Zentrale Afrikanische Republik	JP	Japan	SD	Sudan
CG	Kongo	KP	Demokratische Volksrepublik Korea	SE	Schweden
CH	Schweiz	KR	Republik Korca	SK	Slowakischen Republik
CI	Côte d'Ivoire	ΚZ	Kasachstan	SN	Senegal '
CM	Kamerun	LI	Liechtenstein	รบ	Soviet Union
CS	Tschechoslowakei ·	LK	Sri Lanka	TD	Tschad
CZ	Tschechischen Republik	LU	Luxemburg	TG	Togo
DE	Deutschland	MC	Monaco	UA	Ukraine
DK	Dänemark	MG	Madagaskar	US	Vereinigte Staaten von Amerika
ES	Spanien	MI.	Mali	VN	Vietnam
FI	Finnland	MN	Mongolei		



<u>Verfahren zur Herstellung cellulosischer Formkörper sowie</u> <u>Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens</u>

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung cellulosischer Formkörper indem eine Lösung von Cellulose in einem tertiären Aminoxid in warmem Zustand geformt und die geformte Lösung in ein Fällbad eingebracht wird, um die enthaltene Cellulose zu fällen, sowie eine Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens.

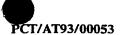
Aus der US-PS 2,179,181 ist bekannt, daß tertiäre Aminoxide Cellulose zu lösen vermögen und daß aus diesen Lösungen durch Fällung cellulosische Formkörper gewonnen werden können. Ein Verfahren zur Herstellung derartiger Lösungen ist beispielsweise aus der EP-A - 0 356 419 bekannt. Gemäß dieser Veröffentlichung wird zunächst eine Suspension von Cellulose in einem wässerigen tertiären Aminoxid bereitet. Das Aminoxid enthält bis zu 40 Masse-% Wasser. Die wässerige Cellulose-Suspension wird erhitzt und unter Druckverminderung wird so lange Wasser abgezogen, bis die Cellulose in Lösung geht. Das Verfahren wird in einer eigens entwickelten, evakuierbaren Rühreinrichtung durchgeführt.

Ein Verfahren der eingangs beschriebenen Art ist aus der DE-A - 28 44 163 und der DD-A - 218 121 bekannt. Zur Herstellung von Cellulosefasern oder Cellulosefolien wird zwischen Spinndüse und Fällbad eine Luftstrecke bzw. Luftspalt gelegt, um einen Düsenverzug zu erreichen. Dieser Düsenverzug ist notwendig, da nach Kontakt der geformten Spinnlösung mit dem wässerigen Fällbad eine Reckung der Fäden sehr erschwert wird. Im Fällbad wird die im Luftspalt eingestellte Faserstruktur fixiert.

Im Luftspalt besteht jedoch die Gefahr, daß die noch nicht koagulierten Einzelfäden aufgrund ihrer extrem hohen Klebrigkeit aneinander haften bzw. miteinander verschmelzen und somit ein Faserspinnen unmöglich machen. Die

ERSATZBLATT

WO 93/19230



Verklebungsgefahr ist naturgemäß umso größer, je länger die Strecke zwischen Düsenplatte und Fällbadoberfläche ist (Luftstrecke). Eine lange Strecke wäre aber andererseits vorteilhaft, da für die Orientierung der Cellulosemoleküle eine gewisse Zeit erforderlich ist. Um aber bei langer Luftstrecke die Verklebungsgefahr zu minimieren, muß die Lochdichte der Spinndüse verringert werden, was sich wiederum nachteilig auf die Wirtschaftlichkeit des Spinnverfahrens auswirkt.

Eine kurze Spinnstrecke hingegen erlaubt zwar ein Spinnen mit Lochdichte, verschlechtert aber andererseits Spinnsicherheit, da durch die Kapillarwirkung der Filamente Fällbadflüssigkeit an die Austrittsseite der Spinnbohrungen bzw. Spinnlöcher gelangt. Dazu kommt noch, daß die geformte, noch flüssige Fadenverzug Fadenmasse dem nicht standhält, d.h., daß die gewünschte Fadenstärke nicht erreicht wird. Gleichzeitig konnte festgestellt werden, daß sich infolge verkürzter Aufenthaltszeit im Luftspalt die textilen Faserdaten hinsichtlich Festigkeit und Dehnung kaum beeinflussen lassen.

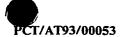
Aus der DD-A - 218 121 ist vorbeschrieben, daß sich eine Verkürzung der Strecke des Düsenverzugs und damit Abnahme der Gefahr des Verklebens der Einzelfäden ohne Einfluß auf die Spinnsicherheit oder Fadenfestigkeit durch eines Polyalkylenethers, insbesondere Polyethylenglykol, zur Spinnlösung erreichen läßt. Auch in der DE-A - 28 44 163 wird auf die extreme Klebrigkeit des gesponnen Fäden hingewiesen und zu deren Beseitigung u.a. das Besprühen der Fäden im Luftspalt mit einer Cellulose nichtlösenden Flüssigkeit vorgeschlagen.

Versuche haben gezeigt, daß alle Lösungsvorschläge nicht befriedigend sind und zwar entweder hinsichtlich der erreichbaren Spinnfadendichten oder hinsichtlich der Beeinflussung der textilen Eigenschaften der Cellulosefasern. Gemäß der DE-A - 28 44 163 beträgt der Abstand zwischen Spinndüse und Fällbadoberfläche zwar 270 mm, jedoch läßt sich eine Spinnfadendichte von offenbar nur etwa 0,0046 Fäden/mm² (entsprechend einer Spinnlochdichte der Spinndüse von 0,0046 Loch/mm²) erreichen. Mit einer derart geringen Lochdichte ist ein Spinnen im großtechnischen Maßstab nicht denkbar. Dazu müßten Spinndüsen mit einer Lochdichte von mehr als 0,1 Loch/mm² eingesetzt werden. Derartige Düsen sind beispielsweise in der österreichischen Patentanmeldung A 2724/89 beschrieben.

Hier setzt nun die Erfindung an, welche sich somit die Aufgabe stellt, das eingangs erwähnte Verfahren derart zu verbessern, daß es gestattet, die Klebrigkeit der frisch extrudierten cellulosischen Formkörper zu vermindern, ohne der Spinnmasse irgendwelche Zusätze zuzugeben und ohne die Oberfläche der Formkörper mit einem Fällungsmittel besprühen. Die Erfindung stellt sich insbesondere die Aufgabe, ein Verfahren zur Herstellung cellulosischer Fäden bereitzustellen, wobei unter Verwendung einer Spinndüse mit hoher Lochdichte ein dichter Fadenverband gesponnen werden kann, welcher über eine große Luftstrecke dem Fällbad zugeführt wird, um die textilen Eigenschaften der gesponnen Fäden besser einstellen zu können. Trotz dichtem Fadenverband und trotz großer Luftstrecke soll es zu keinem Verkleben von einzelnen Fäden kommen.

Das erfindungsgemäße Verfahren ist dadurch gekennzeichnet, daß die warme, geformte Spinnlösung vor dem Einbringen in das Fällbad gekühlt wird, wobei die Kühlung unmittelbar nach dem Formen vorgenommen wird. Zur Kühlung wird die geformte Lösung am besten einem Gasstrom ausgesetzt.

Zur Herstellung cellulosischer Fäden durch Formung der cellulosischen Lösung mittels einer Spinndüse hat sich besonders bewährt, wenn die Spinnrichtung im wesentlichen im rechten Winkel zum Gasstrom steht. Es hat sich



überraschenderweise gezeigt, daß das oben beschriebene Problem des Verklebens auf einfache Weise dadurch beseitigt werden kann, indem die frisch gesponnenen Fäden z.B. einem Luftstrom ausgesetzt werden. Bereits ein einfaches Anblasen des Fadenverbandes mit einem Ventilator bewirkt, daß mit Spinndüsen mit einer Lochdichte bis zu 0,7 gearbeitet und die Luftstrecke bis zu 70 mm lang gewählt werden kann, ohne daß es im Luftspalt zu einer Verklebung einzelner Fäden kommt.

Das erfindungsgemäße Verfahren eignet sich auch zur Herstellung cellulosischer Filme, wobei die cellulosische Lösung durch eine filmbildende Vorrichtung geführt wird und das dadurch gekennzeichnet ist, daß die Richtung der Filmbildung im wesentlichen im rechten Winkel zum Gasstrom steht.

Bei Verwendung von Spinndüsen mit noch höherer Lochdichte reicht das über einen Ventilator aufzubringende Strömungsprofil nicht mehr aus, um im gesamten Fadenverband eine gleichmäßige Abkühlung zu gewährleisten. Eine bevorzugte Ausgestaltung des erfindungsgemäßen Verfahrens besteht in diesem Fall darin, die warme, geformte Lösung mindestens zwei Gasströmen auszusetzen, wobei die geformte Lösung am besten an gegenüberliegenden Seiten von den Gasströmen getroffen wird.

Eine Ausführungsform dieser Variante des erfindungsgemäßen Verfahrens zur Herstellung cellulosischer Fäden, besteht darin, daß die warme cellulosische Lösung durch eine Spinndüse mit einer Vielzahl von Spinnlöchern geführt wird, welche im wesentlichen ringförmig angeordnet sind, wobei die als gesponnene Fäden vorliegende warme, geformte Lösung den beiden Gasströmen derart ausgesetzt wird, daß ein Gasstrom radial nach außen und der andere radial nach innen gerichtet ist. Auf diese Weise ist es möglich, den Kühleffekt derart zu verstärken, daß Fadenverbände mit einer Dichte bis zu 1,4



Faden/mm² über eine Strecke von mindestens 50 mm geführt werden können, ohne daß einzelne Fasern miteinander verkleben.

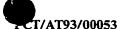
Zur Kühlung wird der warmen, geformten Lösung insbesondere eine Wärmemenge von mindestens 20 kJ/kg Lösung, vorzugsweise zwischen 20 und 350 kJ/kg Lösung, entzogen.

Die Erfindung betrifft auch eine Vorrichtung zur Herstellung cellulosischer Fäden aus einer Lösung von Cellulose in einem tertiären Aminoxid, welche Vorrichtung eine Spinndüse mit Spinnlöchern umfaßt. Die erfindungsgemäße Vorrichtung ist dadurch gekennzeichnet, daß unmittelbar unterhalb der Spinnlöcher eine Zuführung für Kühlgas zur Kühlung der cellulosischen Fäden vorgesehen ist.

Eine besondere Ausgestaltung der erfindungsgemäßen Vorrichtung besteht darin, daß die Spinnlöcher der Spinndüse im wesentlichen ringförmig angeordnet sind und daß die Zuführung für Kühlgas im Zentrum des durch die Anordnung der Spinnlöcher gebildeten Ringes vorgesehen ist.

Zum gleichmäßigen Abkühlen von sehr dichten Fadenverbänden, welche aus einer Spinndüse mit einer Lochdichte von mehr als 0,7 Loch/mm² extrudiert werden, hat es sich als vorteilhaft erwiesen, wenn noch zusätzlich ein weiterer Kühlgasstrom auf den Fadenverband gerichtet ist, welcher von außen zugeführt wird. Diese Ausgestaltung der erfindungsgemäßen Vorrichtung weist somit noch eine weitere Zuführung für Kühlgas auf, welche außerhalb der ringförmigen Spinnplatte angeordnet ist. In diesem Fall wird der ringförmige Fadenverband sowohl an seiner Innenseite, als auch an seiner Außenseite dem Kühlgas ausgesetzt. Es hat sich gezeigt, daß mit dieser Maßnahme der Kühleffekt wesentlich verstärkt wird.

In der Zuführung für Kühlgas im Zentrum der ringförmigen Spinnplatte können Strömungs- oder Verdrängungskörper zur Strömungsvergleichmäßigung des Kühlgases vorgesehen sein.



Eine weitere Ausgestaltung der erfindungsgemäßen Vorrichtung besteht darin, daß die Spinnlöcher der Spinndüse gruppenförmig zusammengefaßt sind.

Das erfindungsgemäße Verfahren wird an Hand der Zeichnung beispielshaft noch näher erläutert, wobei die Figur 1 schematisch eine bevorzugte Ausgestaltung des erfindungsgemäßen Verfahrens zur Herstellung cellulosischer Fäden und die Figuren 2, 3 und 4 bevorzugte Ausgestaltungen der erfindungsgemäßen Spinnvorrichtung zeigen.

In Figur 1 ist mit 1 eine beheizbare (Beheizung nicht dargestellt) Spinndüse bezeichnet, welche über die Zuleitung 2 mit Spinnmasse 3, d.h. warmer Celluloselösung mit einer Temperatur von etwa 100 °C, beschickt wird. Die Pumpe 4 dient zum Dosieren der Spinnmasse und zum Einstellen des für das Extrudieren erforderlichen Druckes. Der aus der Spinndüse 1 über die Spinnlöcher 16 extrudierte Fadenverband 5 wird mit einem inerten Gas 6, vorzugsweise Luft, gekühlt, welche über die Gasdüsen 7 auf den die Spinndüse 1 verlassenden Fadenverband 5 gerichtet ist. Durch dieses Anblasen kann mit Spinndüsen gearbeitet werden, welche eine hohe Lochdichte aufweisen, ohne daß es zu einem Verkleben der Spinnfäden während des Spinnvorganges kommt.

Der Fadenverband 5 gelangt über eine Luftstrecke, welche durch den Abstand der Spinndüse 1 von der Oberfläche des Fällbades 8 definiert ist, in das Fällbad 8, wird über eine Ablenkrolle zusammengefaßt und abgezogen. Das erfindungsgemäße Anblasen bzw. Kühlen des Fadenverbandes ermöglicht das Einstellen einer relativ langen Luftstrecke, sodaß beim Verzug der Fäden ausreichend Zeit zur Orientierung der Cellulosemoleküle zur Verfügung steht. Der Verzug wird erreicht, indem der Fadenverband 5 mit Geschwindigkeit über die Rolle 9 abgezogen wird, als er die Spinndüse 1 verläßt.

Die Gasdüsen 7 umgeben kranzförmig den Fadenverband 5 und können entweder direkt an der Spinndüse 1 angebracht, oder eine eigene konstruktive Einheit bilden, welche wiederum mit Spinndüse 1 verbunden ist. Naturgemäß Wärmeübergang von der warmen Spinnmasse 3 in der Spinndüse 1 zum Kühlgas 6 möglichst unterbunden werden, was durch eine entsprechende Isolierung auf einfache Weise erreicht werden Für den erfindungsgemäßen Effekt ist lediglich entscheidend, daß der Strahl des Kühlgases auf den die Spinndüse 1 unmittelbar verlassenden Fadenverband 5 gerichtet ist und zwar am besten in einer Ebene, die im wesentlichen parallel zu jener Ebene ist, welche durch die Spinnlöcher 16 gebildet wird.

Weitere Ausgestaltungen der in Figur 1 dargestellten erfindungsgemäßen Spinnvorrichtung bestehend aus Spinndüse und Kühlgasdüsen sind in den Figuren 2, 3 und 4 schematisch gezeigt. Mit Hilfe dieser Ausgestaltungen können noch dichtere Fadenverbände verarbeitet werden, d.h. es können Spinndüsen mit noch höherer Lochdichte eingesetzt werden.

Die Figuren 2 und 3 zeigen im Schnitt eine ringförmige, beheizbare (Beheizung nicht dargestellt) Spinndüse 1', 1" und eine Anblasvorrichtung bestehend aus Gasdüsen 7', 7" und einer zentralen Zuführung 10, 10' für Kühlgas 13, 13'. Die ringförmige Spinndüse 1', 1" wird an einer in der Zeichnung nicht dargestellten Stelle mit Spinnmasse 11, 11' gespeist und zu einem dichten, ringförmigen Fadenverband 5', 5" versponnen, welcher von innen und von außen mit Kühlgas beblasen wird. Die Beblasungsrichtung ist in den beiden Figuren mittels ausgezogener Pfeile 22, 22' bzw 6', 6" angedeutet.

Die in den beiden Figuren dargestellten Ausgestaltungen der erfindungsgemäßen Vorrichtung unterscheiden sich in der zentralen Zuführung 10, 10' für Kühlgas 13, 13'. Zuführung 10 ist als einfaches Rohr mit einer Prallplatte 12 und



Durchlässen 14 ausgebildet. Zuführung 10 kann beispielsweise mittels eines in Figur 2 nicht dargestellten Ventilators mit Kühlgas 13 gespeist werden. Der Gasstrom 13 trifft auf die Prallplatte 12, wird horizontal umgelenkt, tritt aus den Durchlässen 14 als Gasstrom 22 aus und trifft den ringförmigen Fadenverband 5' an seiner Innenseite. In der Zuführung 10 kann ein Körper 15 zur Vergleichmäßigung der Gasströmung vorgesehen sein. Durch die Beblasung Fadenverbandes 5' radial von außen und von innen wird der Kühleffekt wesentlich verstärkt.

Die in Figur 3 dargestellte zentrale Zuführung 10' besitzt mehrere Einzelkammern a-d, welche mit Kühlgas 13' gespeist werden. Durch diesen segmentartigen Aufbau der Zuführung 10' kann der Fadenverband mit unterschiedlichen Kühlmedien bzw. unter unterschiedlichen Bedingungen beblasen werden. Außerdem ist es mit der Ausgestaltung gemäß Figur 3 möglich, den Fadenverband über eine längere Distanz dem Kühlgas auszusetzen und so die Cellulosefäden in ihren textilen Daten noch besser zu beeinflussen.

Die Gasdüsen 7', 7" umgeben kranzförmig den ringförmigen Fadenverband 5', 5" und können entweder direkt an der Spinndüse 1', 1" angebracht, oder eine eigene konstruktive Einheit bilden, welche wiederum mit der Spinndüse 1', 1" verbunden ist. Hinsichtlich der konstruktiven Gestaltung gilt das bei Figur 1 Ausgeführte. Das gilt auch für die Zuführung 10, 10'.

Es ist auch möglich, die Luftdüsen zur Beblasung der Fäden in die Spinndüse zu integrieren, wobei aber naturgemäß der Wärmeisolation besondere Beachtung zu schenken ist. Eine derartige Ausführungsform ist in Figur 4 dargestellt, wobei Fig. 4a eine erfindungsgemäße Vorrichtung mit zylindrischem Spinndüsengehäuse (beheizbar; Beheizung nicht dargestellt) im Schnitt zeigt und Fig. 4b einen Ausschnitt der Unteransicht dieser Ausführungsform.

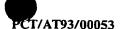
Figur 4a zeigt in schematischer Darstellung eine Spinndüse 1'", wobei die Spinnlöcher 16'" am Kopf von zylinderförmigen Kanälen 17 vorgesehen sind. Die Zuführung der Spinnmasse 18 in die Spinndüse 1'" ist als 2' dargestellt. Während des Spinnvorganges wird die Spinnmasse in die Kanäle 17 gedrückt und durch die Spinnlöcher 16'" extrudiert. Die Spinndüse 1'" kapillarenseitig von einer kreisförmigen Platte abgedeckt, welche kreisförmige Ausnehmungen 21 besitzt, die derart gestaltet und auf der Platte 19 positioniert sind, daß die extrudierten Fäden 5′" ungehindert austreten abgezogen werden können. Durch die Abdeckung der Spinndüse 1'" entsteht ein Hohlraum 20, in welchen Kühlgas geleitet wird (nicht dargestellt). Die Platte 19 ist so gestaltet und auf der Spinndüse 1'" so angebracht, daß sie mit dem Kopf der Kanäle 17 nicht schließt, sondern ringförmige Spalte 7'" bildet, durch die Kühlgas austreten und den extrudierten Fadenverband 5'" horizontal anströmen kann (in Figur 4a durch Pfeile 6'" im Spalt 7'" dargestellt). Der ringförmige Spalt 7'" erfüllt somit die Funktion der kranzförmig angebrachten Gasdüsen 7, 7', 7" in den Ausgestaltungen gemäß den Fig. 1, 2 bzw. 3. Durch diese spezielle Konstruktion wird somit um jeden Fadenverband 5'" ein Ring aus Kühlgas geschaffen, welcher eine effiziente Kühlung eines dichten Fadenverbandes 5'" gestattet. Fig. 4b zeigt in Unteransicht der Spinndüse 1'" einen Ausschnitt der Platte 19, die Ausnehmungen 21, aus denen Kühlgas strömt und die Spinnlöcher 16'".

Um einen Wärmeübergang von der Spinnmasse 18 zum Kühlgas im Raum 20 zu verhindern, ist der Raum 20 spinndüsenseitig mit einer Isolierung 23 ausgekleidet.

Mit den nachfoldenden Ausführungsbeispielen wird die Erfindung noch näher beschrieben.

Beispiele 1-5

Eine gemäß dem in der EP-A - 0 356 419 beschriebenen Verfahren hergestellte Cellulose-Lösung wurde filtriert und



in warmem Zustand gemäß dem in Figur 1 dargestellten Verfahren versponnen, wobei in den Beispielen 1-4 als Spinnvorrichtung die in Figur 2 und in Beispiel 5 die in Figur 4 schematisch dargestellte Ausführungsform verwendet wurde.

In der Tabelle sind für alle 5 Beispiele die pro Stunde versponnene Masse an Celluloselösung (kg/h), Zusammensetzung (Masse-%), ihre Temperatur (° C) beim Verspinnen, die Lochdichte (Anzahl der Löcher/mm²) Spinndüse, der Durchmesser der Spinnlöcher (μ), die Zufuhr der inneren Kühlluft (m³/h), ihre Temperatur (° C), Temperatur (° C) der abgeführten inneren Kühlluft, die Zufuhr der äußeren Kühlluft (m^3/h), ihre Temperatur ($^{\circ}$ C), die pro versponnener Celluloselösung abgeführte Wärmemenge (kJ/kg), die Länge der Luftstrecke (mm), der Faserverzug, der NMMO-Gehalt des Fällbades (Masse-% NMMO) und der Endtiter der hergestellten Fasern (dtex) angegeben.

Tabelle					
Beispiel	1	2	3	4	5
Spinnmasse-					
durchsatz	45,6	24,67	7,84	9,10	18,80
Cellulose	11,86	11,83	12,86	12,21	11,00
NMMO	78,25	77,57	75,35	76,68	77,22
Wasser	9,89	10,60	12,65	11,11	11,78
Temperatur	112	112	110	113	90
Lochdichte	0,68	0,60	0,18	1,14	0,27
Lochdurchmesser	100	100	100	100	130
Kühlung innen (Menge)	100	170	70	200	50
Temp.d.Kühlluft	-6	- 5	5	4,9	24
Temp.d.abgeführten					
Kühlluft	32	32,8	34,2	30,1	31
Kühlung außen (Menge)	23	27	12	17	-
Temp.d.Kühlluft	24	24	24	17,3	-
abgeführte Wärme	32,37	103,46	152,90	338,24	28,72
Luftstrecke	70	60	140	65	85
Faserverzug	10,6:1	8,03:1	4,34:1	13,49:1	13,02:1

WO 93/19230

PCT/AT93/00053

11

 Fällbad
 20
 20,9
 20,8
 29,2
 23,8

 Endtiter
 1,3
 1,3
 3,13
 1,7
 1,36

Ein Verkleben von Einzelfäden wurde in keinem der Beispiele beobachtet.



Patentansprüche:

- 1. Verfahren zur Herstellung cellulosischer Formkörper indem eine Lösung von Cellulose (3, 11, 11', 18) in einem tertiären Aminoxid in warmem Zustand geformt und die geformte Lösung (5, 5' 5", 5'") in ein Fällbad (8) eingebracht wird, um die enthaltene Cellulose zu fällen, dadurch gekennzeichnet, daß die warme, geformte Lösung vor dem Einbringen in das Fällbad (8) gekühlt wird, wobei die Kühlung unmittelbar nach dem Formen vorgenommen wird.
- Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die warme, geformte Lösung zur Kühlung einem Gasstrom (6, 6', 6", 6'", 22, 22') ausgesetzt wird.
- Verfahren nach Anspruch 2 zur Herstellung cellulosischer Fäden durch Formung der cellulosischen Lösung mittels einer Spinndüse (1, 1', 1", 1'"), dadurch gekennzeichnet, daß die Spinnrichtung im wesentlichen im rechten Winkel zum Gasstrom (6, 6', 6", 6'", 22, 22') steht.
- 4. Verfahren nach Anspruch 2 zur Herstellung cellulosischer Filme, wobei die cellulosische Lösung durch eine filmbildende Vorrichtung geführt wird, dadurch gekennzeichnet, daß die Richtung der Filmbildung im wesentlichen im rechten Winkel zum Gasstrom steht.
- 5. Verfahren nach einem der Ansprüche 3 oder 4, dadurch gekennzeichnet, daß die warme, geformte Lösung mindestens zwei Gasströmen (6, 6', 6", 6", 22, 22') ausgesetzt wird.
- 6. Verfahren nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß die warme, geformte Lösung zwei Gasströmen (6, 6', 6", 6'", 22, 22') ausgesetzt wird, welche die warme, geformte Lösung an gegenüberliegenden Seiten treffen.

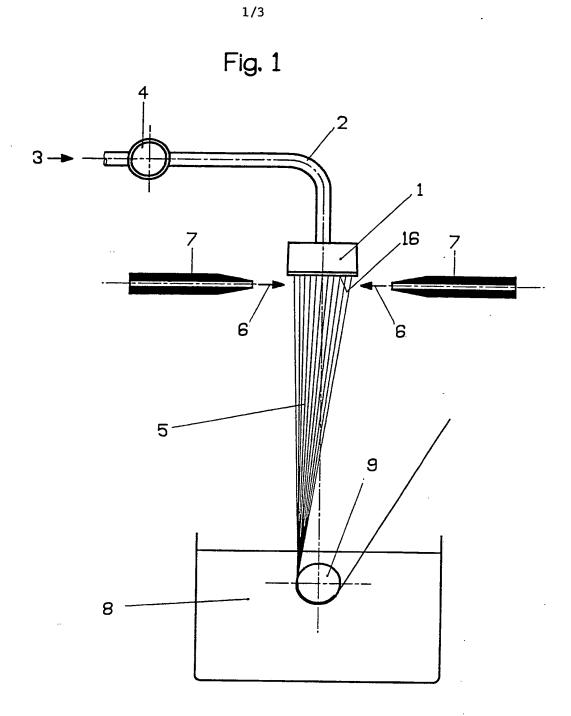
- Verfahren nach Anspruch 6 zur Herstellung cellulosischer 7. Fäden, wobei die warme, cellulosische Lösung (11, 11') durch eine Spinndüse (1', 1") mit einer Vielzahl von Spinnlöchern (16', 16") geführt wird, welche wesentlichen ringförmig angeordnet sind, gekennzeichnet, daß die als gesponnene Fäden vorliegende warme, geformte Lösung den beiden Gasströmen (6', 6", 22, 22') derart ausgesetzt wird, daß ein Gasstrom (22, 22') radial nach außen und der andere (6', 6") radial nach innen gerichtet ist.
- 8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß der warmen, geformten Lösung zur Kühlung eine Wärmemenge von mindestens 20 kJ/kg Lösung, vorzugsweise zwischen 20 und 350 kJ/kg Lösung, entzogen wird.
- 9. Vorrichtung zur Herstellung cellulosischer Fäden aus einer Lösung (3, 11, 11', 18) von Cellulose in einem tertiären Aminoxid, welche Vorrichtung eine Spinndüse (1, 1', 1", 1'",) mit Spinnlöchern (16, 16', 16", 16'") umfaßt, dadurch gekennzeichnet, daß unmittelbar unterhalb der Spinnlöcher (16, 16', 16", 16'") eine Zuführung (7, 7', 7", 7'", 10, 10') für Kühlgas (6, 6', 6", 6'", 13, 13') zur Kühlung der cellulosischen Fäden (5, 5', 5", 5") vorgesehen ist.
- 10. Vorrichtung nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, daß die Spinnlöcher (16', 16") der Spinndüse (1', 1") im wesentlichen ringförmig angeordnet sind und daß die Zuführung (10, 10') für Kühlgas (13, 13') im Zentrum des durch die Anordnung der Spinnlöcher (16', 16") gebildeten Ringes vorgesehen ist.
- 11. Vorrichtung nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß eine weitere Zuführung (7', 7") für Kühlgas (6', 6'") vorgesehen ist, welche außerhalb des durch die Anordnung der Spinnlöcher (16', 16") gebildeten Ringes vorgesehen ist.



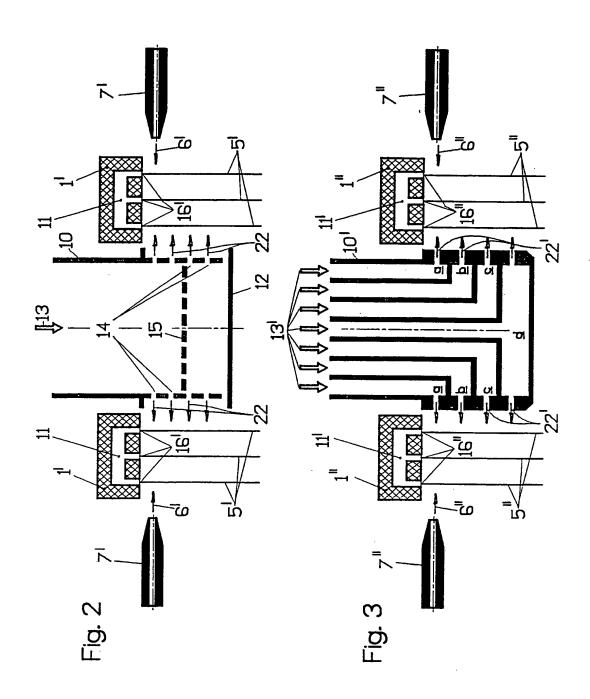
WO 93/19230



- 12. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 9 bis 11, dadurch gekennzeichnet, daß in der Zuführung (10), welche sich im Zentrum des durch die Anordnung der Spinnlöcher (16') gebildeten Ringes befindet, Strömungs- oder Verdrängungskörper (15) zur Strömungsvergleichmäßigung des Kühlgases (13) vorgesehen sind.
- 13. Vorrichtung nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, daß die Spinnlöcher (16'") der Spinndüse (1'") gruppenförmig zusammengefaßt sind.

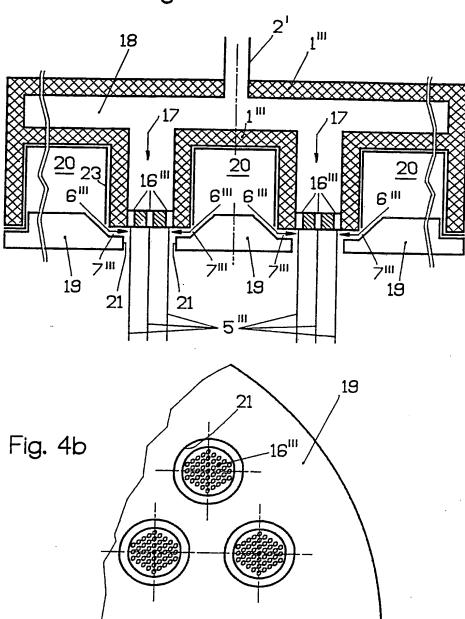


ERSATZBLATT



ERSATZBLATT

Fig. 4a



ERSATZBLATT



International application No. PCT/AT93/00053

	ASSIFICATION OF SUBJECT MATTER		
Int.	Cl ⁵ : D01F 2/00; D01D 5/06; D01D	5/088; C08J 5/18 // C08L	1:02
According	to International Patent Classification (IPC) or to bot		
	LDS SEARCHED		
j	ocumentation searched (classification system followed l	by classification symbols)	
Int.	Cl ⁵ : D01F; D01D; C08B; C08J		
Documentat	tion searched other than minimum documentation to the	extent that such documents are included in the	he fields searched
Electronic da	ata base consulted during the international search (name	of data base and, where practicable, search	terms used)
C. DOCU	MENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where a	appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Α	US, A, 4261943 (CLARENCE C. 14 April 1981	MCCORSLEY, III)	1-8
	see the whole document		
А	DATABASE WPI Section Ch, We Derwent Publications Ltd	ek 8522,	1-8
	Class A, AN 85-128668	., condoir, db,	
	& DD, A, 218121 (VEB CHE	MIEFASER W PIECK)	,
	30 January 1985 (cited in the applicatio	n)	
	see abstract	,	
P,A	EP, A, 0494852 (LENZING AKTI	ENGESELLSCHAFT)	1-8
	15 July 1992	•	
	see the whole document -		
A	EP, A, 0105169 (ALLIED CORPO 11 April 1984	RATION)	1-8
.]	see page 12, line 10 - l	ine 24; figures	
Fuetbar	r documents are listed in the continuation of Box C.		
ruitalei	documents are fisted in the continuation of Box C.	See patent family annex.	
"A" document to be of p	categories of cited documents: nt defining the general state of the art which is not considered particular relevance	"T" later document published after the inter date and not in conflict with the applic the principle or theory underlying the	ation but cited to understand
"L" documen	ocument but published on or after the international filing date of which may throw doubts on priority claim(s) or which is establish the publication date of another citation or other	considered novel or cannot be consid	ered to involve an inventive
special n	eason (as specified) nt referring to an oral disclosure, use, exhibition or other	"Y" document of particular relevance; the	step when the document is
"P" documen	at published prior to the international filing date but later than ity date claimed	haine abrilana ta a acasa alcittad in th	e art .
Date of the a	ctual completion of the international search	Date of mailing of the international sear	
	1ly 1993 (12.07.93)	31 July 1993 (31.07.93)	
Name and ma	ailing address of the ISA/	Authorized officer	
Europ	ean Patent Office		
Facsimile No	•	Telephone No.	-
om PCT/ISA	V210 (second sheet) (July 1992)		



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No. PCT/AT93/00053

ategory*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No
х	GB, A, 957534 (BRITISH NYLON SPINNERS LIMITED) 6 May 1962 see the whole document	9-12
Х	GB, A, 807248 (THE DOW CHEMICAL COMPANY) 14 January 1959 see the whole document	9
X	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN Vol. 10, No. 310 (C-379) 22 October 1986 & JP, A, 61119704 (MITSUI PETROCHEM IND LTD) 6 June 1986 see abstract	9,13
	·	
ŀ		



AT 9300053 SA 72412

This annex lists the patent family members relating to the patent documents cited in the above-mentioned international search report.

The members are as contained in the European Patent Office EDP file on

The European Patent Office is in no way liable for these particulars which are merely given for the purpose of information.

12/07/93

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)		Publication date
US-A-4261943	14-04-81	None		
EP-A-0494852	15-07-92	AT-B- CA-A- JP-A-	395863 2059043 4308220	25-03-93 10-07-92 30-10-92
EP-A-0105169	11-04-84	US-A- CA-A- DE-A- JP-B- JP-A- US-A- US-A-	4440711 1214909 3376855 3075644 59130314 4599267 4713290	03-04-84 09-12-86 07-07-88 02-12-91 26-07-84 08-07-86 15-12-87
GB-A-957534		None		
GB-A-807248		FR-A-	1167216	



				Internationales Attenzes	
				ren Klassifikationssymbolen sind	alle anzugeben) ⁶
Int.Kl. 5 (; D01	nach der nationale 1D5/06;	en Klassifikation und der IPC D01D5/088;	C08J5/18
II. RECHERCHIE	RTE SACHGE	BIETE			
			Recherchierter	Mindestpriifstoff ⁷	
Klassifikationssyte	em			Klassifikationssymbole	
Int.Kl. 5		D01F ;	D01D ;	C08B ;	C08J
				gehörende Veröffentlichungen, s ten Sachgebiete fallen ⁸	oweit diese
III. EINSCHLAGIG				· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	
Art.º Kenn	zeichnung der	Veröffentlichung 11, son	weit erforderlich us	nter Angabe der maßgeblichen Te	ile 12 Betr. Anspruch Nr. 13
	14. Apri	261 943 (CLAR il 1981 as ganze Doku		CCORSLEY, III)	1-8
	Derwent Class A, & DD,A,2	Ch, Week 852 Publications AN 85-12866 218 121 (VEB	Ltd., Lon 8		1-8
P,A	siehe Zu EP,A,O 4 AKTIENGE 15. Juli	Anmeldung erwisammenfassun 194 852 (LENZ SELLSCHAFT)	ING		1-8
					/
"A" Veröffentlich definiert, ab "E" älteres Dokt tionalen Ann "L" Veröffentlich zweifelhaft e fentlichungs; nannten Veranderen besom "O" Veröffentlich eine Benutzsbezieht "P" Veröffentlich "P" Veröffentlich den bezieht "P" veröffentlich "P" veröf	hung, die den s eer nicht als bes ument, das jede meddedatum ve- hung, die geelg sscheinen zu li datum einer an öffentlichung b onderen Grund chung, die sich : ung, eine Aussi ung, die vor di ach dem beans	egebenen Veröffentlichu allgemeinen Stand der T sonders bedeutsam anzu- sch erst am oder nach de röffentlicht worden ist met ist, einen Prioritätsa assen, oder durch die da- assen, oder durch die da- seren ist (wie ausg- auf eine mündliche Offe teilung oder andere Maß- em internationalen Anm pruchten Prioritätsdatum	echnik schen ist era interna- unspruch s Veröf- icht go- ie aus einem effuhrt) mbarung hahmen	meidedatum oder dem Fri ist und mit der Anmeldun Verstündnis des der Erfin oder der ihr zugrundellege "X" Veröffentlichung von beso te Erfindung kann nicht a keit beruhend betrachtet v "Y" Veröffentlichung von beso te Erfindung kann nicht a ruhend betrachtet werden, einer oder menreren ander gorie in Verbindung gebra einen Fachmann nahelleg	nderer Bedeutung; die beanspruch- ds auf erfinderischer Tätigkelt be- wenn die Veröffentlichung mit ren Veröffentlichungen dieser Kate- icht wird und diese Verbindung für
IV. BESCHEINIGU	ING				
Datum des Abschluss	es der internat	ionalen Recherche		Absendedatum des internat	tionalen Recherchenberichts
	12.JU	LI 1993		3 1. 07.	
Internationale Recher		SCHES PATENTAM	ıT	Unterschrift des bevollmäc TARRIDA TO	<u>-</u>

Formblatt PCT/ISA/210 (Blatt 2) (James: 1985)



ć

III: ETNICA	H ACICS USBOULDANT ICHI BICEN (Contrating to Black St.	
	HAGIGE VEROFFENTLICHUNGEN (Fortsetzung von Blatt 2)	Rate Assessed No.
Art °	Kennzeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der maßgeblichen Telle	Betr. Anspruch Nr.
A	EP,A,O 105 169 (ALLIED CORPORATION) 11. April 1984 siehe Seite 12, Zeile 10 - Zeile 24; Abbildungen	1-8
X	GB,A,957 534 (BRITISH NYLON SPINNERS LIMITED) 6. Mai 1962 siehe das ganze Dokument	9-12
x	GB,A,807 248 (THE DOW CHEMICAL COMPANY) 14. Januar 1959 siehe das ganze Dokument	9
x	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 10, no. 310 (C-379)22. Oktober 1986 & JP,A,61 119 704 (MITSUI PETROCHEM IND LTD) 6. Juni 1986 siehe Zusammenfassung	9,13
	•	
	SA/210/Zmat/bosm) (Jurser 1980)	

Formblatt PCT/ISA/210 (Zasatzbogen) (Januar 1985)



9300053 AT 72412

In diesem Anhang sind die Mitglieder der Patentfamilien der im obengenannten internationalen Recherchenhericht angeführten Patentdokumente angegeben. Die Angaben über die Familienmitglieder entsprechen dem Stand der Datei des Europäischen Patentamts am Diese Angaben dienen nur zur Unterrichtung und erfolgen ohne Gewähr.

12/07/93

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie		Datum der Veröffentlichur	
US-A-4261943	14-04-81	Keine			
EP-A-0494852	15-07-92	AT-B- CA-A- JP-A-	395863 2059043 4308220	25-03-93 10-07-92 30-10 - 92	
EP-A-0105169	11-04-84	US-A- CA-A- DE-A- JP-B- JP-A- US-A- US-A-	4440711 1214909 3376855 3075644 59130314 4599267 4713290	03-04-84 09-12-86 07-07-88 02-12-91 26-07-84 08-07-86 15-12-87	
GB-A-957534		Keine			
GB-A-807248		FR-A-	1167216		

EPO FORM PO/13